

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-132371A

(43)Date of publication of application : 21.05.1990

(51)Int.Cl.

G01N 30/60

B01D 15/08

(21)Application number : 63-286326

(71)Applicant : SHIMADZU CORP

(22)Date of filing : 11.11.1988

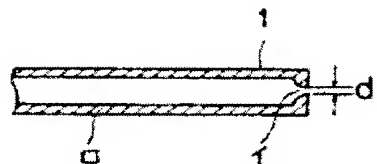
(72)Inventor : NISHIKAWA YUZURU

## (54) CAPILLARY COLUMN

## (57)Abstract:

PURPOSE: To improve sepn. ability by providing a bore changing part in the outlet end part connected to a detector or near this part to prevent the attenuation of a carrier gas pressure near the outlet part.

CONSTITUTION: Chemical bond type methyl silicon is made into, for example, 25m length, 0.32mm inside diameter and 5 $\mu$ m film thickness to form the capillary column 1 for ordinary gas chromatography. While an inert gas is passed at a slight flow rate in this column 1, the outlet end part is sealed by melting and is then cut by a file to form a fine hole (a) of the inside diameter  $d_1=10\mu$ m. The ratio between the flow passage section in the mouth part of the column body and the flow passage section in the fine hole (a) is 1/1,024. The attenuation of the carrier gas pressure is prevented in this way, by which sepn. ability is improved.



⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平2-132371

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成2年(1990)5月21日

G 01 N 30/60  
B 01 D 15/08  
G 01 N 30/60

K 7621-2G  
6953-4D  
P 7621-2G

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全4頁)

⑮ 発明の名称 キャピラリカラム

⑯ 特 願 昭63-286326

⑰ 出 願 昭63(1988)11月11日

⑱ 発 明 者 西 川 譲 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会社島津製作所三条工場内

⑲ 出 願 人 株式会社島津製作所 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地

⑳ 代 理 人 弁理士 野河 信太郎

明 細 書

1. 発明の名称

キャピラリカラム

2. 特許請求の範囲

1. ガスクロマトグラフ用キャピラリカラムであって、該カラムの検出器接続側出口端部またはその近傍に、流路断面を縮小して流束を絞りうる内径変更部を有するキャピラリカラム。

2. 内径変更部に加圧用キャリアガス流路が接続されてなる請求項1のキャピラリカラム。

3. 発明の詳細な説明

(イ) 産業上の利用分野

この発明は、ガスクロマトグラフ用キャピラリカラムに関する。

(ロ) 従来の技術

従来、キャピラリカラムガスクロマトグラフに用いられるキャピラリカラムは、その全長にわたって均一な内径を有し、そのまま検出器に接続されて用いられている。

(ハ) 発明が解決しようとする課題

しかしながら、上記キャピラリカラムでは、そのカラム出口に接続される検出器は大気圧下にあるため、こうした系で試料を分析すると、該カラムで分離される成分は、出口に近づく程キャリアガス圧が低下するため拡散しやすくなり、その結果ピークがブロードになる。

この発明はかかる状況に鑑みなされたものであり、分離成分の拡散を防止しうるガスクロマトグラフ用キャピラリカラムを提供しようとするものである。

(ニ) 課題を解決するための手段

かくしてこの発明によれば、ガスクロマトグラフ用キャピラリカラムであって、該カラムの検出器接続側出口端部またはその近傍に、流路断面を縮小して流束を絞りうる内径変更部を有するキャピラリカラムが提供される。

この発明は、ガスクロマトグラフ用キャピラリカラムにおいて、そのカラム流路の下流で流路抵抗を増大し、上流部で分離された各分離成分の拡散を防止しつつ検出器に移送しうるよう構成した

ことを特徴とする。

この発明において、キャピラリカラムの検出器接続側出口端部またはその近傍に、内径変更部が設けられる。上記近傍とは該カラム出口端部からカラム側であってもよく、検出器接続側であってもよい。上記内径変更部は、流路断面を縮小して流束を絞る構造に形成される。上記縮小は分離成分の拡散を防止しうるに足る程度に設定される。従ってキャピラリカラムの本体部の流路抵抗の2倍以上となるよう設定されることが好ましい。(例えば分離用キャピラリカラムの出口直前圧が、 $1 \text{ kg/cm}^2$  (ゲージ圧) 以上が好ましい。) 上記流束を絞る構造としては、キャピラリカラム出口端部周囲のカラム壁の肉厚を大きくして流路を絞る構成、出口端部またはその近傍のカラム壁を引き伸ばして流路を絞る構成、キャピラリカラム出口端部に断面の小さいチューブを接続する構成等を挙げることができる。

この発明において、上記内径変更部に加圧用流路を設けることにより、流路抵抗の増大度を調節

できるように構成することが好ましい。このための好ましい構成例としては、例えばキャピラリカラム出口端部に三方ジョイントを用いて、第2のキャリアガス流入路を設け、このキャリアガス流入路に調圧器を設ける等が挙げられる。

この発明のキャピラリカラムにおいて、その下流部で流路抵抗を増大させる構成とする以外は、当該分野で公知の構成とすることができる。

#### (ホ) 作用

この発明によれば、キャピラリカラムは検出器に接続される出口端部またはその近傍が、流束が絞られる内径変更部を有しており、キャピラリカラム出口部付近でのキャリアガス圧の減衰が防止され、その結果上流部で分離された分離成分は、その分離状態を保持したまま検出器に導入されることとなる。

以下実施例によりこの発明を詳細に説明するが、これによりこの発明は限定されるものではない。

#### (ヘ) 実施例

##### 実施例 1

第1図はこの発明のキャピラリカラムの一実施例の部分構成説明図である。同図にはキャピラリカラムの検出器接続側の端部構造が示されている。すなわちこのキャピラリカラムは、化学結合型メチルシリコン(長さ25m、内径0.32mm、膜厚5 $\mu\text{m}$ )でできた通常のガスクロマトグラフ用キャピラリカラム(1)を、カラム内に不活性ガスを微量流しながら、出口端部を溶融して封じた後、ヤスリで切削して内径( $d_1$ : 10 $\mu\text{m}$ )の細孔(イ)を形成したものである。このカラム本体口部の流路断面と細孔(イ)での流路断面との比は1/1024であった。

##### 実施例 2

第2図に、この発明のキャピラリカラムの他の実施例の部分構成説明図を示す。同図のキャピラリカラムは、実施例1で用いたものと同様のキャピラリカラム(1)を、カラム内に不活性ガスを流しながら出口端部を溶融し引き伸ばして細管に形成した後、切断したものである。得られたキャピラリカラム出口端部の細管部(ハ)先端の内径( $d_2$ )は8 $\mu\text{m}$ であった。このとき該カラム本体口部

の流路断面とハの先端細孔での流路断面との比は1/1600であった。

##### 実施例 3

第3図に、この発明のキャピラリカラムの他の実施例部分構成説明図を示す。同図のキャピラリカラムは、実施例1で用いたものと同様のキャピラリカラム(1)の出口端部に、ユニオン(2)を介して内径( $d_3$ : 50 $\mu\text{m}$ )、長さ0.25mのキャピラリチューブ(3)を接続したものである。キャピラリチューブ(3)はその内面が不活性処理された石英製チューブであり、ユニオン(2)はその内部にキャピラリカラム(1)出口端とキャピラリチューブ(3)端を接続保持するベスベルフェルル(4)等を有して構成されている。このとき該カラム本体口部の流路断面とキャピラリチューブ(3)の流路断面との比は1/41であった。

上記実施例3で得られたキャピラリカラムについて、その分離能を現す指標の1つとして理論段高さ(HETP):

$$\text{HETP} = L/N$$

(L: カラム長, N: 理論段数)

を検討した。すなわち、実施例3のキャピラリカラムをガスクロマトグラフに用いて下記条件で分析し、HETP(mm)と線速度(cm/sec)との関係調べたところ、第4図に示すHETP曲線(a)が得られた。このとき比較例として通常のキャピラリカラム(1)を上記と同様の条件で用いて得られたHETP曲線(b)を併せて示す。

〔分析条件〕

カラム温度 : 180℃

キャリアガス : ヘリウム

スプリット比 : 30 : 1

試料 : n-C<sub>12</sub>化合物 (n-ペンタン中)

上記第4図の結果から、前者のHETP値は、後者のそれに比べて低くなり、分離能が向上していることがわかる。

#### 実施例4

第5図に、この発明のキャピラリカラムの他の実施例の部分構成説明図を示す。同図のキャピラリカラムは、実施例1で用いたものと同様のキャ

ピラリカラム(1)と、実施例3で用いたキャピラリチューブ(3)とを、三方ジョイント(5)で接続し、この三方ジョイント(5)に図示しないキャリアガス供給部からのキャリアガス供給路(c)を、調圧器(6)および圧力計(7)を介して接続したものである。このものは、キャリアガス供給路(o)のキャリアガス圧を調整することにより、任意の比率でキャピラリカラムの流路抵抗を増大できるものである。

(ト) 発明の効果

この発明によれば、キャピラリカラム内で分離された成分の出口近傍での拡散を押さえることができ、分離能を向上することができる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図はこの発明のキャピラリカラムの一実施例の部分構成説明図、第2図および第3図はそれぞれこの発明のキャピラリカラムの他の例の部分構成説明図、第4図はこの発明のキャピラリカラムの一例の分離能の向上を比較例と共に示すHETP曲線図、第5図はこの発明のキャピラリカ

-7-

ムの他の実施例の部分構成説明図である。

- (1)……キャピラリカラム、
- (2)……ユニオン、
- (3)……キャピラリチューブ、
- (5)……三方ジョイント、
- (6)……調圧器、 (7)……圧力計。

代理人 弁理士 野 河 信太



-8-

Fig 1 第 1 圖

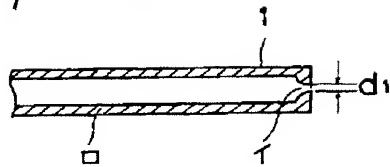


Fig 2 第 2 圖

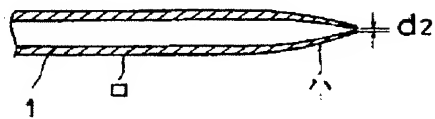


Fig 3 第 3 圖

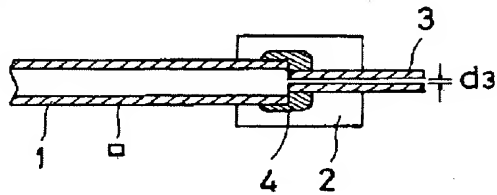


Fig 4

第 4 圖

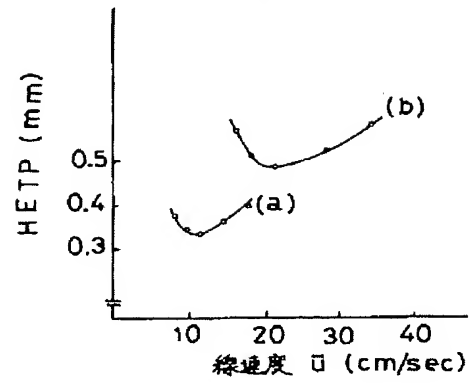


Fig 5

第 5 圖

